

POWERED BY **Dialog****Rec'd PCT/PTO 19 APR 2005****Treatment of glass substrates used for production of display screens involves ion-exchange and thermal processing****Patent Assignee:** SAINT-GOBAIN GLASS FRANCE; SAINT-GOBAIN GLASS FRANCE SA; SAINT-GOBAIN VITRAGE**Inventors:** DUISIT G; GAUME O; GY R**Patent Family**

Patent Number	Kind	Date	Application Number	Kind	Date	Week	Type
WO 200138249	A1	20010531	WO 2000FR3242	A	20001122	200226	B
FR 2801302	A1	20010525	FR 9914676	A	19991122	200226	
EP 1246780	A1	20021009	EP 2000981454	A	20001122	200267	
			WO 2000FR3242	A	20001122		
KR 2002059417	A	20020712	KR 2002704716	A	20020412	200306	
CN 1391538	A	20030115	CN 2000816076	A	20001122	200330	
JP 2003514758	W	20030422	WO 2000FR3242	A	20001122	200336	
			JP 2001539811	A	20001122		
US 6810688	B1	20041102	WO 2000FR3242	A	20001122	200472	
			US 2002111320	A	20020424		
EP 1246780	B1	20041201	EP 2000981454	A	20001122	200479	
			WO 2000FR3242	A	20001122		
DE 60016461	E	20050105	DE 16461	A	20001122	200505	
			EP 2000981454	A	20001122		
			WO 2000FR3242	A	20001122		

Priority Applications (Number Kind Date): FR 9914676 A (19991122)**Patent Details**

Patent	Kind	Language	Page	Main IPC	Filing Notes
WO 200138249	A1	F	22	C03C-023/00	
Designated States (National): CA CN JP KR SG US					
Designated States (Regional): AT BE CH CY DE DK ES FI FR GB GR IE IT LU MC NL PT SE TR					
FR 2801302	A1			C03C-021/00	
EP 1246780	A1	F		C03C-023/00	Based on patent WO 200138249
Designated States (Regional): AT BE CH CY DE DK ES FI FR GB GR IE IT LI LU MC NL PT SE TR					
KR 2002059417	A			C03C-021/00	

CN 1391538	A			C03C-023/00	
JP 2003514758	W		21	C03C-021/00	Based on patent WO 200138249
US 6810688	B1			C03C-015/00	Based on patent WO 200138249
EP 1246780	B1	F		C03C-023/00	Based on patent WO 200138249
Designated States (Regional): AT BE CH CY DE DK ES FI FR GB GR IE IT LI LU MC NL PT SE TR					
DE 60016461	E			C03C-023/00	Based on patent EP 1246780
					Based on patent WO 200138249

Abstract:

WO 200138249 A1

NOVELTY Treatment of the glass sheet having a strain point above 540 degrees C and resistivity rho such that log rho more than 7.5, designed for producing a display screen, comprises at least ion-exchange treatment on at least part of the surface of the glass sheet and a thermal treatment carried out at temperatures corresponding to glass viscosities above 1012 poises.

DETAILED DESCRIPTION An INDEPENDENT CLAIM is given for a substrate or glass sheet.

USE Field emission, electroluminescent and liquid crystal display screens.

ADVANTAGE Improved dimensional stability of the glass sheet during the various thermal treatments used in the production of display screens.

pp; 22 DwgNo 0/0

Technology Focus:

TECHNOLOGY FOCUS - CERAMICS AND GLASS - Preferred Treatment: Ion exchange treatment and thermal treatment can be carried out simultaneously, and thermal treatment can precede ion-exchange treatment.

Thermal treatment comprises heating at 400-660 degrees C for 1-20 hours, where the heating temperature is reached in at least 1 hour. After heating, the temperature is reduced to 90 degrees C in at least 1 hour.

Ion exchange is performed by deposition of a paste comprising a potassium salt and a compound having a high melting point on at least part of the glass substrate, preferably using a bath containing molten potassium nitrate. Ion-exchange is carried out at 400-660 degrees C for 1-360 hours.

Preferred Glass Sheet Composition: The composition of the glass sheet comprises (in wt. %): SiO₂ 40-75, Al₂O₃ 0-12, Na₂O 0-9, K₂O 3.5-10, MgO 0-10, CaO 2-11, SrO 0-11, BaO 0-17, and ZrO₂ 2-8.

Derwent World Patents Index

© 2005 Derwent Information Ltd. All rights reserved.

Dialog® File Number 351 Accession Number 14384765

①⑨ RÉPUBLIQUE FRANÇAISE
INSTITUT NATIONAL
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE
PARIS

①⑪ N° de publication :
(à n'utiliser que pour les
commandes de reproduction)

2 801 302

②① N° d'enregistrement national : **99 14676**

⑤① Int Cl⁷ : C 03 C 21/00, C 03 C 3/083, 23/00

⑫

DEMANDE DE BREVET D'INVENTION

A1

②② Date de dépôt : 22.11.99.

③⑦ Priorité :

④③ Date de mise à la disposition du public de la
demande : 25.05.01 Bulletin 01/21.

⑤⑥ Liste des documents cités dans le rapport de
recherche préliminaire : *Se reporter à la fin du
présent fascicule*

⑥⑦ Références à d'autres documents nationaux
apparentés :

⑦① Demandeur(s) : SAINT GOBAIN VITRAGE Société
anonyme — FR.

⑦② Inventeur(s) : DUISIT GERALDINE, GAUME OLI-
VIER et GY RENE.

⑦③ Titulaire(s) :

⑦④ Mandataire(s) : SAINT GOBAIN RECHERCHE.

⑤④ PROCÉDE DE TRAITEMENT DE SUBSTRATS EN VERRE ET SUBSTRATS EN VERRE POUR LA
RÉALISATION D'ÉCRANS DE VISUALISATION.

⑤⑦ L'invention a pour objet un procédé de traitement
d'une feuille de verre constituée d'une composition de verre
présentant un Strain Point supérieur à 540°C, destinée à la
réalisation d'un écran de visualisation, ledit procédé com-
portant au moins un traitement d'échange ionique sur au
moins une partie de la surface de la feuille de verre et un
traitement de précompaction.

FR 2 801 302 - A1



5

**PROCEDE DE TRAITEMENT DE SUBSTRATS EN VERRE
ET SUBSTRATS EN VERRE POUR LA REALISATION
D'ECRANS DE VISUALISATION**

10

L'invention concerne un procédé de traitement de substrats en verre,
15 et plus spécifiquement de feuilles de verre, destinés à être ultérieurement
revêtus de couches ou autres revêtements pour la réalisation d'écrans de
visualisation.

Les écrans de visualisation concernés par l'invention sont notamment
les écrans à plasma de tous types, les écrans à émission de champs (FED),
20 les écrans électroluminescents, les écrans LCD (Liquid Cristal Display) et
plus généralement tous les écrans de visualisation dont les substrats en
verre vont subir des traitements thermiques au cours de la réalisation de
l'écran.

L'invention sera plus particulièrement décrite en référence à la
25 réalisation d'un écran plasma qui se compose essentiellement de deux
feuilles de verre. Sur au moins l'une de ces feuilles de verre sont déposés un
ou plusieurs réseaux d'électrodes, une couche d'un matériau diélectrique et
des couches constituées de matériaux luminophores correspondant par
exemple aux couleurs verte, rouge et bleue. Avant d'être assemblées l'une à
30 l'autre, les feuilles de verre reçoivent encore des barrières et des espaceurs
dont les fonctions consistent à former une multitude de cellules et au
maintien d'une distance entre les deux feuilles de verre.

L'ensemble de ces réalisations d'électrodes, de couches ou encore
d'espaceurs s'accompagne de traitements thermiques.

Les compositions de verre habituellement utilisées pour ce type de substrat sont du type silico-sodo-calcique qui, si elles sont utilisées telles quelles, subissent des variations dimensionnelles lors des traitements thermiques évoqués précédemment du fait des températures atteintes qui sont supérieures aux températures de Strain Point desdites compositions.

Ces variations dimensionnelles qui apparaissent sont pour d'autres applications négligeables. Par contre, dans le cas des écrans de visualisation précités, une grande précision dimensionnelle est requise, notamment pour permettre la réalisation de cellules unitaires où se formera un plasma. En effet, les précisions de réalisation de ces cellules ou plus exactement la précision de dépôt des différentes couches précédemment évoquées influe directement sur la qualité de fonctionnement de l'écran. La précision de l'alignement des électrodes et des différents dépôts permet d'améliorer la résolution de l'écran et la qualité de l'image.

Une première exigence concernant ces feuilles de verre est donc une stabilité dimensionnelle durant les différents traitements thermiques que les feuilles de verre subissent lors de la réalisation d'écrans de visualisation.

Des solutions ont déjà été apportées pour améliorer cette stabilité dimensionnelle.

Une première solution déjà proposée consiste à faire subir à la feuille de verre un traitement de "précompaction" ; un tel traitement consiste en un traitement thermique selon un cycle thermique établi en fonction de la composition de verre et des traitements thermiques que les feuilles de verre subiront lors de la réalisation des écrans. Un tel traitement est par exemple réalisé sur des feuilles, réalisées à partir d'une composition de verre du type silico-sodo-calcique, avant d'effectuer les traitements thermiques correspondant à la fabrication de l'écran de visualisation.

Une autre solution également proposée consiste à réaliser des feuilles de verre selon des compositions particulières présentant de hautes valeurs de Strain Point. Les traitements thermiques subis par de telles feuilles de verre conduisent à des variations dimensionnelles réduites par rapport à des compositions de verre de type silico-sodo-calcique plus usuelles.

Une dernière solution, notamment décrite dans les documents WO99/13471 et WO99/15472 consiste à effectuer une trempe chimique des feuilles de verre du type silico-sodo-calcique usuel par trempage dans un bain alcalin.

5 Outre la meilleure stabilité dimensionnelle obtenue selon ces documents, cette solution satisfait une seconde exigence concernant l'application des écrans de visualisation, car la trempe chimique effectuée sur les feuilles de verre leur confère des contraintes de compression superficielle renforçant leur propriété de résistance mécanique. En effet, de
10 telles feuilles de verre vont subir énormément de manipulations, jusqu'à la fin du cycle de fabrication des écrans de visualisation, notamment du fait des multiples dépôts qui doivent être effectués. En outre, les feuilles de verre sont sollicitées durant les traitements thermiques liés aux dépôts de couches lors des procédés de fabrication d'écrans de visualisation. Ces sollicitations
15 d'origine thermique donnent lieu à des risques de casses pendant la fabrication qui s'accroissent dès que le fabricant cherche à accélérer les cycles de fabrication et augmenter les cadences de production. Un renforcement des propriétés mécaniques permet ainsi de limiter au maximum les risques de casse desdits substrats en verre. Il apparaît par
20 ailleurs que le renforcement créé lors de la trempe chimique, disparaît après les différents traitements thermiques effectués pour le dépôt des différentes couches.

Actuellement, il se dessine une nouvelle exigence concernant les substrats en verre pour la fabrication d'écrans de visualisation. En effet,
25 l'industrie des écrans de visualisation souhaite fournir des écrans dont l'assemblage des verres ayant été réalisé, et donc l'intégralité des traitements thermiques ayant été réalisée, présente une résistance mécanique suffisante. Les écrans ainsi constitués doivent encore subir diverses manipulations pour effectuer la fin de fabrication et en outre, ils sont également
30 susceptibles de subir des tensions lors de leur utilisation soit de nature accidentelle, soit simplement du fait de leur utilisation ; par exemple les écrans de type FED subissent des tensions créées par la pression atmosphérique qui s'exerce sur la surface du verre. Un autre exemple

concerne les écrans plasma qui subissent des sollicitations thermiques dues notamment à des surchauffes du centre de l'écran par rapport aux bords.

Les inventeurs se sont ainsi donnés pour mission, la réalisation de substrats ou feuilles de verre, qui satisfont d'une part aux premières
5 exigences évoquées, à savoir une stabilité dimensionnelle satisfaisante durant les traitements thermiques liés aux dépôts de couches et un renforcement mécanique créé avant lesdits traitements et d'autre part, présentant, après assemblage des feuilles de verre et donc après l'intégrité desdits traitements thermiques, une résistance mécanique satisfaisante.

10 Ce but a été atteint selon l'invention par un procédé de traitement d'une feuille de verre constituée d'une composition de verre présentant un Strain Point (température correspondant à une viscosité de $10^{14.6}$ poises) supérieur à 540°C , destinée à la réalisation d'écrans de visualisation, ledit procédé comportant au moins un traitement d'échange ionique sur au moins
15 une partie de la surface de la feuille de verre et un traitement de précompaction.

De préférence, la feuille de verre présente une résistivité ρ (exprimée en Ohm.cm à 250°C) telle que $\log \rho > 7,5$. De telles résistivités sont particulièrement avantageuses dans le cas des écrans de visualisation du
20 fait des tensions électriques élevées qui sont utilisées pour les faire fonctionner.

Avantageusement, et notamment pour obtenir des produits réalisables industriellement, le procédé de traitement est prévu pour s'appliquer à des feuilles de verre obtenues selon le procédé "float".

25 Selon une première réalisation de l'invention, le traitement de précompaction est combiné au traitement d'échange ionique et ainsi réalisé simultanément, le cycle thermique de l'échange ionique étant adapté pour réaliser une précompaction.

Selon une seconde réalisation de l'invention, le traitement est réalisé
30 en deux étapes successives, la première consistant en une précompaction et la seconde consistant en un échange ionique sur au moins une partie de la surface de la feuille de verre.

Les inventeurs ont en effet su mettre en évidence que le traitement selon l'invention appliqué à des verres présentant un Strain Point supérieur à 540°C permet d'une part de satisfaire les contraintes de stabilité dimensionnelle et en outre confère à la feuille de verre un renforcement mécanique qui subsiste après des cycles thermiques correspondant aux dépôts de couches pour la fabrication d'écrans de visualisation.

Les résultats obtenus selon l'invention sont surprenants ; il était inattendu que le renforcement obtenu par un traitement d'échange ionique sur des verres présentant un Strain Point élevé et une résistivité élevée puisse être suffisant et en outre se conserve (au moins partiellement) après les traitements thermiques correspondant à la fabrication d'écrans de visualisation. En effet, ces propriétés combinées de haute résistivité et de haut Strain Point nécessitent de limiter les concentrations en alcalins dans le verre, ce qui n'est pas favorable à l'échange d'ions dans le verre.

Selon une réalisation préférée de l'invention, le traitement de précompaction est un traitement thermique consistant en un palier d'une durée comprise entre 1 et 200 heures, et avantageusement selon certaines réalisations entre 1 et 20 heures, à une température comprise entre 400 et 660 °C, la température de palier étant atteinte en au moins une heure et de préférence en au moins deux heures et la température étant ensuite redescendue à 90°C en au moins une heure et de préférence en au moins trois heures.

Concernant le traitement d'échange ionique, celui-ci est réalisé selon une première variante par dépôt d'une pâte comportant un sel de potassium et un composé à haut point de fusion tel qu'un réfractaire à base d'alumine ou silice, ou sulfate ou chlorure, sur au moins une partie de la surface de la feuille de verre. Un tel procédé de renforcement par échange ionique est notamment décrit dans le brevet français FR -A- 2 353 501. Il permet d'être réalisé dans un temps relativement court en ne renforçant que les zones de la feuille de verre qui le nécessitent.

Selon une seconde variante de l'invention, l'échange ionique est réalisé, sur au moins une partie de la feuille de verre, dans un bain contenant au moins un sel de métal alcalin.

De façon préférée, le bain contient un sel de nitrate de potassium fondu pour effectuer un échange sodium/potassium à la surface de la feuille de verre.

De préférence encore, cette trempe chimique, ou échange ionique dans un bain, est effectuée à une température comprise entre 400 et 660 °C et avantageusement supérieure à 480 °C, pendant un temps compris entre 1 et 360 heures et avantageusement inférieur à 200 heures. Avantageusement, la montée en température dans le bain est effectuée en au moins une et de préférence deux heures. Avantageusement aussi, la température du bain est redescendue à 90°C en au moins une et de préférence trois heures.

L'invention propose également un substrat ou feuille de verre présentant des propriétés permettant de l'utiliser pour la fabrication d'écrans de visualisation.

Un tel substrat de verre, avantageusement obtenu selon le procédé "float", selon l'invention est constitué d'une composition de verre présentant un Strain Point supérieur à 540°C et présente, après au moins un traitement thermique destiné au dépôt d'une couche en vue de la fabrication d'un écran de visualisation, une valeur absolue de compaction inférieure à 60 ppm et une performance thermique DT supérieure à 130°C.

La composition de verre présente avantageusement un coefficient de dilatation supérieur à $65.10^{-7} \text{ K}^{-1}$. De telles valeurs du coefficient de dilatation favorise notamment les opérations de scellement nécessaires lors de la fabrication d'écrans.

Avantageusement encore, la composition de verre présente une résistivité ρ (exprimée en Ohm.cm à 250 °C) telle que $\log \rho > 7,5$. Une telle valeur de résistivité est plus particulièrement adaptée aux tensions élevées qui peuvent exister dans les écrans de visualisation.

La valeur de compaction s'exprime en partie par million (ppm) et correspond à une grandeur illustrant la stabilité dimensionnelle du substrat en verre. Elle est déterminée après un traitement thermique en effectuant le rapport entre la variation dimensionnelle due au traitement thermique, par mesure sur l'échantillon avant et après ledit traitement thermique, et la longueur initiale correspondante mesurée sur le substrat. Le traitement

thermique utilisé correspond à un palier de deux heures à 580°C, avec une montée en température de 10°C/min et ensuite une baisse de la température de 5°C/min. Un tel traitement est représentatif d'un, voire de plusieurs traitements thermiques subis par un substrat en verre, pour réaliser un écran de visualisation.

La performance thermique est déterminée par un test thermique de casse de substrats en verre ayant subis un façonnage usuel pour des écrans de visualisation. Ce test est effectué sur huit échantillons qui sont des plaques de verre, dont les dimensions sont 415*415 mm² et présentent une épaisseur de 2.8 mm. Ce test consiste à chauffer par rayonnement une plaque de verre en son centre, tout en maintenant les bords froids. Pour cela, les bords du substrat sont pris en feuillure sous 12,5 mm de largeur dans un encadrement où circule de l'eau à 20°C. Le centre du substrat est chauffé par des résistances à 4°C/min. Les températures du centre et du bord sont enregistrées au moment de la casse. La performance thermique DT du substrat est la différence de températures centre/bord au moment de la casse. Cette performance thermique et le test thermique décrit ci-dessus sont très représentatifs de l'application d'écrans de visualisation. En effet, les fabricants de tels écrans souhaitent améliorer la productivité et pour cela augmenter notamment les vitesses de productions ; cela conduit naturellement à limiter les temps de chauffe et de refroidissement et soumet donc les substrats en verre à des chocs thermiques tout à fait identifiables au test précédemment décrit. En outre, lors de leur utilisation, il apparaît que la zone de visualisation des écrans subit une élévation de température du simple fait de l'utilisation alors que le bord du substrat enchâssé dans un cadre est maintenu à une température plus basse. Le test thermique est donc représentatif à la fois de sollicitations subies par les substrats en verre pendant la fabrication des écrans de visualisation et pendant l'utilisation desdits écrans.

Avantageusement, la composition de verre du substrat selon l'invention comprend les constituants ci-après dans les proportions pondérales suivantes :

SiO ₂	40	à	75	%
------------------	----	---	----	---

Al_2O_3	0	à	12	%
Na_2O	0	à	9	%
K_2O	3,5	à	10	%
MgO	0	à	10	%
CaO	2	à	11	%
SrO	0	à	11	%
BaO	0	à	17	%
ZrO_2	2	à	8	%

Selon une première réalisation préférée de l'invention, la composition de verre du substrat comprend les constituants ci-après dans les proportions pondérales suivantes :

SiO_2	60,1 %
Al_2O_3	3,3 %
Na_2O	3,7 %
K_2O	8,5 %
MgO	1 %
CaO	5,6 %
SrO	10,3 %
ZrO_2	6,9 %

5 Selon une autre réalisation préféré de l'invention, la composition de verre du substrat comprend les constituants ci-après dans les proportions pondérales suivantes :

SiO_2	68,3 %
Al_2O_3	0,7 %
Na_2O	4,6 %
K_2O	5,6 %
MgO	0,1 %
CaO	9,7 %
SrO	6,5 %
ZrO_2	4,1 %

D'autres détails et caractéristiques avantageuses de l'invention ressortiront ci-après de la description des mesures comparatives effectuées sur des substrats réalisés selon l'invention et sur d'autres substrats.

Pour réaliser des mesures comparatives, les inventeurs ont tout d'abord choisi deux compositions de verre pour réaliser des substrats, une première conforme à l'invention (composition I), c'est-à-dire présentant un Strain Point élevé, et une seconde (composition II) correspondant à un verre usuel de type silico-sodo-calcique. Le tableau ci-dessous présente le détail de ces compositions (en pourcentage pondéral) et les valeurs de Strain Point :

	COMPOSITION I	COMPOSITION II
SiO ₂	60,1 %	71 %
Al ₂ O ₃	3,3 %	0,6 %
Na ₂ O	3,7 %	13,6 %
K ₂ O	8,5 %	0,3 %
MgO	1 %	4,1 %
CaO	5,6 %	9,7 %
SrO	10,3 %	0 %
ZrO ₂	6,9 %	0 %
Strain Point	602°C	508 °C

Les essais comparatifs ont consisté à faire des mesures de compaction et de performance thermique DT sur des substrats réalisés à partir des compositions de verre I et II, présentant une épaisseur de 2,8 mm, et ayant subi ou non des traitements de précompaction, de trempe chimique, ou une combinaison d'un traitement de précompaction et d'une trempe chimique. Tous les substrats subissent avant traitement un façonnage équivalent.

Le traitement de précompaction (noté par la suite T.P.) utilisé est défini en fonction de la composition de verre et des traitements thermiques subis ultérieurement. Pour nos essais des traitements de précompaction ont donc été définis de sorte qu'ils soient « stabilisateurs » pour le cycle thermique qui simule les étapes de fabrication d'écrans de visualisation et défini ci-après.

Le traitement de précompaction utilisé pour la composition I est un traitement thermique comportant une montée en 1 heure à 638°C, une première descente en 5 heures à 552°C et enfin une descente en 3 heures à température ambiante.

Le traitement de précompaction utilisé pour la composition II est un traitement thermique comportant un palier d'une durée de 12 heures à une

température de 580°C. Pour ce traitement de précompaction, la montée en température est effectuée à raison de 10 °C/min et ladite température du substrat est ensuite ramenée à 90°C à raison de 5 °C/min.

La trempe chimique (notée par la suite T.C.) est réalisée dans un bain de nitrate de potassium à une température de 490 °C pendant 16 heures.

Les substrats en verre ayant subi aucun, un ou deux de ces traitements sont ensuite soumis à un cycle thermique simulant une ou plusieurs étapes de fabrication d'un écran de visualisation. Ce cycle théorique (que l'on nommera ensuite cycle fabrication) comporte un palier de deux heures à 580°C avec une montée en température de 10°C/min et ensuite une baisse de la température de 5°C/min.

Les différents résultats concernant les valeurs de compaction (exprimées en ppm, avec une incertitude de ± 30 ppm) et les performances thermiques DT (exprimées en °C) sont regroupées dans le tableau qui suit.

La notation « brute » signifie que les substrats n'ont subi ni traitement de précompaction, ni traitement de trempe chimique.

	SUBSTRAT	Valeur de compaction (ppm)	DT avant cycle fabrication (°C)	DT après cycle fabrication (°C)
A	Composition I brute	346	125	-
B	Composition I + T.P.	0	80	-
C	Composition I + T.C.	174	275	210
D	Composition I + T.P. + T.C.	27	310	145
E	Composition II brute	465	110	-
F	Composition II + T.P.	0	100	-
G	Composition II + T.C.	-510	>320	-
H	Composition II + T.P. + T.C.	-490	>320	75

Avec T.P. : traitement de précompaction

T.C. : trempe chimique

Les valeurs de compaction sont mesurées après le "cycle fabrication".

Les valeurs positives sont des valeurs exprimant une compaction du substrat et les valeurs négatives expriment une dilatation du substrat.

Les valeurs de performance thermique DT, qui n'apparaissent pas, n'ont pas été mesurées, soit parce que le substrat est inacceptable du fait de sa valeur de compaction, soit parce qu'il s'agit de substrats non renforcés.

Ces résultats montrent que le seul substrat satisfaisant une valeur de compaction inférieure à 60 ppm et une performance thermique DT supérieure à 130°C, après le cycle fabrication, est le substrat "D" réalisé à partir de la composition I, qui présente un Strain Point de 602°C et ayant
5 subi un traitement de précompaction suivi d'une trempe chimique.

Les résultats et notamment la comparaison entre les essais "D" et "H" montrent que la stabilité dimensionnelle obtenue selon l'invention est a priori due notamment au choix de compositions de verre présentant des Strain Point élevés.

REVENDEICATIONS

1. Procédé de traitement d'une feuille de verre constituée d'une composition de verre présentant un Strain Point supérieur à 540°C, destinée à la réalisation d'un écran de visualisation, caractérisé en ce qu'il comporte au
5 moins un traitement d'échange ionique sur au moins une partie de la surface de la feuille de verre et un traitement de précompaction.
2. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que la composition de verre présente une résistivité ρ telle que $\log \rho > 7,5$.
3. Procédé selon la revendication 1 ou 2, caractérisé en ce que les
10 traitements d'échange ionique et de précompaction sont réalisés simultanément.
4. Procédé selon la revendication 1 ou 2, caractérisé en ce qu'il comporte une première étape de précompaction et une seconde étape consistant en un échange ionique sur au moins une partie de la surface de la feuille de verre.
- 15 5. Procédé selon la revendication 4, caractérisé en ce que l'étape de précompaction est un traitement thermique consistant en un palier d'une durée comprise entre 1 et 20 heures à une température comprise entre 400 et 660 °C, en ce que cette température de palier est atteinte en au moins 1 heure, et en ce que la température est ensuite redescendue à 90°C en au
20 moins 1 heure.
6. Procédé selon l'une des revendications précédentes, caractérisé en ce que l'échange ionique est réalisé par dépôt d'une pâte comportant un sel de potassium et un composé à haut point de fusion, sur au moins une partie de la surface de la feuille de verre.
- 25 7. Procédé selon l'une des revendications 1 à 5, caractérisé en ce que l'échange ionique sur au moins une partie de la feuille de verre est réalisé dans un bain contenant au moins un sel de métal alcalin.
8. Procédé selon la revendication 7, caractérisé en ce que le bain contient un sel de nitrate de potassium fondu.
- 30 9. Procédé selon l'une des revendications 7 ou 8, caractérisé en ce que l'échange ionique est effectué à une température comprise entre 400 et 660 °C pendant un temps compris entre 1 et 360 heures.

10. Substrat ou feuille de verre constitué d'une composition de verre présentant un Strain Point supérieur à 540°C, **caractérisé en ce qu'**après au moins un traitement thermique destiné au dépôt d'une couche en vue de la fabrication d'un écran de visualisation, le substrat présente une valeur de compaction inférieure à 60 ppm, et en ce que le substrat présente une performance thermique DT supérieure à 130°C, résultant essentiellement d'un traitement d'échange ionique.

11. Substrat selon la revendication 10, **caractérisé en ce que** la composition de verre présente un coefficient de dilatation supérieur à 65.10^{-7} K⁻¹.

12. Substrat selon la revendication 10 ou 11, **caractérisé en ce que** la composition de verre présente une résistivité ρ telle que $\log \rho > 7,5$.

13. Substrat selon l'une des revendications 10 à 12, **caractérisé en ce que** la composition de verre comprend les constituants ci-après dans les proportions pondérales suivantes :

SiO ₂	40	- 75	%
Al ₂ O ₃	0	- 12	%
Na ₂ O	0	- 9	%
K ₂ O	3,5	- 10	%
MgO	0	- 10	%
CaO	2	- 11	%
SrO	0	- 11	%
BaO	0	- 17	%
ZrO ₂	2	- 8	%

14. Substrat selon la revendication 13, **caractérisé en ce que** la composition de verre comprend les constituants ci-après dans les proportions pondérales suivantes :

SiO ₂	60,1 %
Al ₂ O ₃	3,3 %
Na ₂ O	3,7 %
K ₂ O	8,5 %
MgO	1 %
CaO	5,6 %

SrO 10,3 %

ZrO₂ 6,9 %

15. Substrat selon la revendication 13, **caractérisé en ce que** la composition de verre comprend les constituants ci-après dans les proportions pondérales suivantes :

SiO₂ 68,3 %

Al₂O₃ 0,7 %

Na₂O 4,6 %

K₂O 5,6 %

MgO 0,1 %

CaO 9,7 %

SrO 6,5 %

ZrO₂ 4,1 %



RAPPORT DE RECHERCHE PRÉLIMINAIRE

établi sur la base des dernières revendications
déposées avant le commencement de la recherche

2801302

N° d'enregistrement
nationalFA 579417
FR 9914676

DOCUMENTS CONSIDÉRÉS COMME PERTINENTS		Revendication(s) concernée(s)	Classement attribué à l'invention par l'INPI
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes		
Y	US 5 776 844 A (COURTEMANCHE GILLES ET AL) 7 juillet 1998 (1998-07-07) * colonne 6, ligne 49 - ligne 67 * ---	1-15	C03C21/00 C03C3/083 C03C23/00
Y	FR 2 595 091 A (SAINT GOBAIN VITRAGE) 4 septembre 1987 (1987-09-04) * revendications * ---	1-15	
X	US 5 780 371 A (JOUSSE DIDIER ET AL) 14 juillet 1998 (1998-07-14) * colonne 4, ligne 5 - ligne 67 * ---	1-13	
A	US 5 916 656 A (MURANO YOSHIO ET AL) 29 juin 1999 (1999-06-29) * revendications 1,2 * ---	1-3,6-8	
A	PATENT ABSTRACTS OF JAPAN vol. 1998, no. 08, 30 juin 1998 (1998-06-30) & JP 10 067544 A (NISSIN ELECTRIC CO LTD), 10 mars 1998 (1998-03-10) * abrégé * -----	1-12	
			DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHÉS (Int.Cl.7)
			C03C
Date d'achèvement de la recherche		Examineur	
28 juillet 2000		Reedijk, A	
<p>CATÉGORIE DES DOCUMENTS CITÉS</p> <p>X : particulièrement pertinent à lui seul Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie A : arrière-plan technologique O : divulgation non-écrite P : document intercalaire</p> <p>T : théorie ou principe à la base de l'invention E : document de brevet bénéficiant d'une date antérieure à la date de dépôt et qui n'a été publié qu'à cette date de dépôt ou qu'à une date postérieure. D : cité dans la demande L : cité pour d'autres raisons & : membre de la même famille, document correspondant</p>			

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ **BLACK BORDERS**
- ☐ **IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**
- ☐ **FADED TEXT OR DRAWING**
- ☐ **BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING**
- ☐ **SKEWED/SLANTED IMAGES**
- ☐ **COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS**
- ☐ **GRAY SCALE DOCUMENTS**
- ☐ **LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT**
- ☒ **REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY**
- ☐ **OTHER:** _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.